

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of
the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

004810938

WPI Acc No: 1986-314279/198648

High bulk density powdery detergent compsn. - contg. anionic surfactant polycarboxylic acid polymer, polyethylene glycol and water-soluble inorganic neutral salt

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 61231099	A	19861015	JP 8570584	A	19850403	198648 B
JP 94065720	B2	19940824	JP 8570584	A	19850403	199432

Priority Applications (No Type Date): JP 8570584 A 19850403

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 61231099	A	8		
JP 94065720	B2	6	C11D-003/37	Based on patent JP 61231099

→ Abstract (Basic): **JP 61231099 A**

Compsn. comprises (A) anionic surfactant (25-50 wt. %), (B) polycarboxylic acid polymer or its salt and (C) polyethylene glycol ((B) and (C) are contained, in total, 2-20 wt. % and wt. ratio of (B)/(C) = 1/3-6/1) and (D) water-soluble inorganic neutral salt (0-10 wt. %). It has bulk density of at least 0.5 g/cm³.

Specifically, compsn. comprises particles having size of up to 200 micron and up to 3 wt. % of particles having size of up to 125 micron. (A) is pref. 10-16C alkylbenzene sulphonate salt, adduct of alkyl- or alkenyl ether with alkylene oxide, alkyl- or alkenyl sulphate salt, alkane sulphonate salt, (un)satd. fatty acid salt, adduct of alkyl- or alkenyl ether carboxylate salt with alkylene oxide or alpha-sulpho-fatty acid salt. (B) is pref. polyacrylic, polycitraconic, polymaleic or sulphonated polymaleic acid, maleic anhydride/styrene copolymer, maleic anhydride/butadiene copolymer, etc. (C) has average mol. wt. of 2000-30000. The inorganic salt is pref. Na₂SO₄. 10H₂O. (8pp Dwg. No. 0/0)

Derwent Class: A97; D25

International Patent Class (Main): C11D-003/37

International Patent Class (Additional): C11D-017/08

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A) 昭61-231099

⑬ Int.Cl.⁴

C 11 D 17/06
3/37

識別記号

厅内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)10月15日

7144-4H
7144-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全 8 頁)

⑮ 発明の名称 濃縮粉末洗剤組成物

⑯ 特願 昭60-70584

⑰ 出願 昭60(1985)4月3日

⑱ 発明者 崔 文雄 宇都宮市石井町2789

⑲ 発明者 斎藤 幸三 宇都宮市泉が丘2-4-12

⑳ 発明者 村田 守康 宇都宮市泉が丘2-4-12

㉑ 出願人 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

㉒ 代理人 弁理士 古谷 駿

明 本田

剤組成物。

1. 発明の名称

濃縮粉末洗剤組成物

4 2,000 μ 以上を実質的に含まず125 μ 以下

が3%以下との粒径分布をもつ特許請求の範囲

第1項記載の濃縮粉末洗剤組成物。

2. 特許請求の範囲

1 下記3成分(a), (b)及び(c)を含有し、
成分(a)の含有量が25~50重量%、成分(b)
と成分(c)の合計含有量が2~10重量%、か
つ成分(b)と成分(c)の重量比が1/3~6/1
であり、水溶性の中性無機塩の含有量が0~
10重量%である、嵩密度が0.5g/cm³以上の濃
縮粉末洗剤組成物。

(a) 陰イオン性界面活性剤

(b) ポリカルボン酸重合体またはその塩

(c) ポリエチレングリコール

2 ポリカルボン酸塩がポリアクリル酸ソーダ
である特許請求の範囲第1項記載の濃縮粉末
洗剤組成物。

3 ポリカルボン酸重合体またはその塩がポリ
アセタールカルボン酸重合体またはその塩で
ある特許請求の範囲第1項記載の濃縮粉末洗

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は濃縮洗剤組成物に関し、更に詳しく
は特に水への溶解性の改良された濃縮洗剤組成
物に関する。

〔従来の技術〕

従来より家庭用粉末洗剤は大量生産可能とい
う工程的容易性から、あるいは水への溶解性が
よいという品質上の観点から噴霧乾燥による低
密度の粉末洗剤として製造されていることが多い。

しかし近年省資源的観点や洗剤の輸送面、主
婦の持ち運びなどの便宜性から1回洗濯当りの
使用量が少なくかつ嵩密度の大きいコンパクト
な粉末洗剤への要望が増加してきている。粉末
洗剤の1回洗濯当りの使用量を少なくしかつ嵩

密度を大きくする試みとしては、例えば特開昭48-61511号は界面活性剤30%以上を配合しあつ界面活性剤と洗剤ビルダーを水系分散液(スラリー)の状態で混合し、ドラムドライヤーにて乾燥した後押し出し、造粒機で造粒し、嵩密度が0.5g/cm³以上の洗剤を製造する方法を開示している。

又、特開昭53-36508号は界面活性剤を30~70%配合し、粉体状の界面活性剤と洗剤ビルダーを乾式で混合することにより、嵩密度が0.55g/cm³以上の洗剤を製造する方法を開示している。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしこの様な組成で製造された高密度の粉末洗剤は一般に満足すべき溶解速度を有していないことが明らかになっている。これは高密度化することにより、粉末洗剤の溶解速度に決定的な意味をもつ多孔質性を失うからであると考えられている。

(問題点を解決する為の手段)

ではないが、特定比率のポリカルボン酸重合体またはその塩とポリエチレングリコールの組合せが纏厚な陰イオン性界面活性剤溶液の粘性を減少させることにより、その多孔質性の大小に無関係に水への溶解性が改良されるものと考えられる。

本発明の陰イオン性界面活性剤の含有量は25~50%、好ましくは30~40%の範囲である。含有量が25%以下の場合には1回洗濯当たり30g/30L以下特に20~30g/30Lの使用量では充分な洗浄性能が發揮できず、又50%以上では溶解性改良の効果が不充分になり好ましくない。

本発明で用いられる陰イオン性界面活性剤としては以下のものが挙げられる。

- 1) 平均炭素数10~16のアルキル基を有する直鎖又は分枝鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩
- 2) 平均炭素数10~20の直鎖又は分枝鎖のアルキル基又はアルケニル基を有し、1分子内に平均0.5~8モルのエチレンオキサイドあるいはプロピレンオキサイドあるいはブチレン

本発明者らは1回洗濯当たりの使用量が30g/30L以下で、かつ嵩密度が0.5g/cm³以上のコンパクトな濃縮粉末洗剤の水への溶解性を改良すべく試験研究した結果、陰イオン性界面活性剤を25~50% (重量%、以下同じ)、水溶性の無機塩を0~10%含有し、かつ嵩密度が0.5g/cm³以上の粉末洗剤において、(b) ポリカルボン酸重合体またはその塩、及び(c) ポリエチレングリコールを(b)+(c)=2~10%かつ(b)/(c)=1/3~6/1の範囲で含有することにより、その多孔質性の大小とは無関係に水への溶解性の改良された濃縮粉末洗剤が可能となることを見出しここで本発明に至ったのである。

即ち、本発明は陰イオン性界面活性剤に特定比率のポリカルボン酸重合体またはその塩とポリエチレングリコールを配合することにより、高密度でかつ水への溶解性の優れた濃縮粉末洗剤組成物を提供するものである。

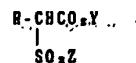
本発明の濃縮粉末洗剤組成物が何故水への溶解性に優れているかについては、詳細は明らか

オキサイドあるいはエチレンオキサイド/ブロビレンオキサイド=0.1/9.9~9.9/0.1の比あるいはエチレンオキサイド/ブチレンオキサイド=0.1/9.9~9.9/0.1の比で付加したアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩

- 3) 平均炭素数10~20のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル又はアルケニル硫酸塩
- 4) 平均10~20の炭素原子を1分子中に有するオレフィンスルホン酸塩
- 5) 平均10~20の炭素原子を1分子中に有するアルカンスルホン酸塩
- 6) 平均10~24の炭素原子を1分子中に有する飽和又は不飽和脂肪酸塩
- 7) 平均炭素数10~20のアルキル基又はアルケニル基を有し、1分子中に平均0.5~8モルのエチレンオキサイドあるいはブロビレンオキサイドあるいはブチレンオキサイドあるいはエチレンオキサイド/ブロビレンオキサイ

$F = 0.1/9.9 \sim 9.9/0.1$ の比であるいはエチレンオキサイド／ブチレンオキサイド＝0.1/9.9～9.9/0.1の比で付加したアルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩

8) 下記の式で表わされる α -スルホ脂肪酸塩又はエステル



(式中Yは炭素数1～3のアルキル基又は対イオン、Zは対イオンである。Rは炭素数10～20のアルキル基又はアルケニル基を表わす)上記の中特に好ましい陰イオン性界面活性剤としては1), 2), 3), 4)が挙げられる。

本発明の水溶性の中性無機塩の含有量は10%以下、好ましくは5%以下の範囲である。含有量が10%以上の場合には1回洗濯当たり30g/30L以下の使用量では洗浄性能面で不利になり、好ましくない。

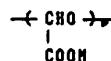
本発明で用いられる水溶性の中性の無機塩としては芒硝などが例示される。

本発明の洗剤の濃度は0.5g/cm³以上、好ましくは0.5～1.5g/cm³、特に好ましくは0.5～1.2g/cm³、更に好ましくは0.7～1.2g/cm³であることが望ましい。1.5g/cm³を超えると水中での沈降により粉末溶解性に悪影響を及ぼす傾向が見られる。

本発明における(b) ポリカルボン酸重合体またはその塩及び(c) ポリエチレングリコールについては、(b)+(c)の含有量は2～10%、好ましくは3～8%であること、成分(b)と成分(c)の重量比率は1/3～6/1、好ましくは1/2～4/1であることが望ましい。(b)+(c)の含有量が2%以下でも10%以上でも、又(b)/(c)の比率が1/3以下でも6/1以上でも溶解性の改良効果は少ない。

本発明に用いられるポリカルボン酸重合体またはその塩としては、ポリアクリル酸、ポリアセタールカルボン酸、ポリアコニット酸、ポリイタコン酸、ポリシトラコン酸、ポリフマル酸、ポリマレイン酸、ポリメタコン酸、ポリ- α -

された次式の構造を有するものが使用できる。



(式中、Rはアルカリ金属、アンモニウム、アルキル基及びアルカノールアミン基からなる群から選択された基、pは平均値で4～200の数)

分子量は1,000～100,000が好ましく、特に4,000～30,000が良い。

又、本発明に用いるポリエチレングリコールは、平均分子量が2,000～30,000のものが好ましい。

本発明の濃縮粉末洗剤の粒径は2,000μ以下が好ましく、より好ましくは2,000μ以下で125μ以下が3%以下、更に好ましくは2,000μ以下で125μ以下が1%以下が望ましい。125μ以下の割合が多くなると、溶解初期に機械力のかからない状態が永く続くと塊状の難溶物ができる傾向がある。又、2,000μ以上は10%以下、より好ましくは5%以下、更に好ましくは1%以下であることが望ましい。

ヒドロキシアクリル酸、ポリビニルホスホン酸、スルホン化ポリマレイン酸、無水マレイン酸-ジイソブチレン共重合体、無水マレイン酸-ステレン共重合体、無水マレイン酸-メチルビニルエーテル共重合体、無水マレイン酸-エチレン共重合体、無水マレイン酸-エチレンクロスリンク共重合体、無水マレイン酸-酢酸ビニル共重合体、無水マレイン酸-アクリロニトリル共重合体、無水マレイン酸-アクリル酸エチル共重合体、無水マレイン酸-ブタジエン共重合体、無水マレイン酸-イソブレン共重合体、無水マレイン酸と一酸化炭素から脱離されるポリ- β -ケトカルボン酸、イタコン酸、エチレン共重合体、イタコン酸-アコニット酸共重合体、イタコン酸-アクリル酸共重合体、マロン酸-メチレン共重合体、メタコン酸-フマル酸共重合体およびその塩などが例示される。

ポリアセタールカルボン酸重合体又はその塩としては特開昭54-52196号公報に記載

特開昭61-231099(4)

その他本発明の粉末洗剤には以下の成分を配合することができる。

- (1) ベタイン型両性界面活性剤、スルホン酸型両性界面活性剤、リン酸エステル系活性剤、カチオン性界面活性剤などの界面活性剤
- (2) ケイ酸塩、炭酸塩、セスキ炭酸塩などのアルカリ剤
- (3) ゼオライト（アルミノケイ酸塩）、オルトリニン酸塩、ピロリン酸塩、トリポリリン酸塩、ニトリロ三酢酸塩、エチレンジアミン四酢酸塩、クエン酸塩、イソクエン酸塩などの2価金属イオン捕捉剤
- (4) ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボキシメチルセルロースなどの再汚染防止剤
- (5) 過炭酸ソーダ、過ホウ酸ソーダ、硫酸ナトリウム過酸化水素付加体などの漂白剤
- (6) プロテアーゼ、エステラーゼ、リバーゼ、セルラーゼなどの酵素
- (7) その他ケーキング防止剤、漂白活性化剤、

過酸化物の安定化剤、酸化防止剤、螢光染料、青味付剤、光活性化漂白剤、香料など洗剤に常用の成分

本発明の濃縮粉末洗剤の製造方法については特に限定はないが、例えば上述の特開昭48-61511号公報、特開昭53-36508号公報に示す如く、未中和の陰イオン性界面活性剤にアルカリ剤及び耐酸性の洗剤成分を加え、中和した後、ゼオライトやトリポリなどを加えて粉碎する方法や、噴霧乾燥による粉末洗剤を造粒することによって高密度を大きくする方法などによって製造することができる。

〔発明の効果〕

本発明の濃縮粉末洗剤組成物は高密度であるにも拘らず、水への溶解性のみならず洗浄力に優れている。

〔実施例〕

以下本発明を実施例をもって詳述するが、本発明は以下の実施例によって限定されるものではない。

実施例 1

表1の配合組成の洗剤を製造し、粉末溶解性について比較検討した。結果を表1に併せて示した。

表 1

実験No.	1 (比較品)	2 (本発明品)	3 (本発明品)	4 (本発明品)	5 (比較品)	6 (比較品)	7 (本発明品)	8 (本発明品)	9 (比較品)
LAS	20	20	20	20	20	20	20	20	20
AS	15	15	15	15	15	15	15	15	15
ゼオライト	20	20	20	20	20	20	20	20	20
ソーダ灰	25.5	24	21	19	15	21	21	21	21
メタケイ酸ソーダ	10	10	10	10	10	10	10	10	10
ポリアクリル酸ソーダ	1	2	4	6	8	1	3	5	5.5
ポリエチレングリコール	0.5	1	2	2	4	5	3	1	0.5
少量添加物	2	2	2	2	2	2	2	2	2
芒硝	0	0	0	0	0	0	0	0	0
揮発分	6	6	6	6	6	6	6	6	6
粉末密度(g/cm ³)	0.76	0.73	0.75	0.81	0.83	0.77	0.75	0.79	0.76
粉末溶解性	×	○	○	○	×	×	○	○	×

(1) LAS : 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ ($C_{12} \sim C_{18}$)AS : アルキル硫酸ソーダ ($C_{12} \sim C_{18}$)

ポリアクリル酸ソーダ : 平均分子量 8,000

ポリエチレングリコール : 平均分子量 13,000

以下、洗剤製法及び粉末密度、粉末溶解性の測定法について説明する。

1) 洗剤製法

本製法においては出発物質としての陰イオン界面活性剤は未中和の酸型で用いたが、表1の洗剤組成は最終洗剤組成として記載した。組成1～9のゼオライト以外の部分をネスコニーダー（富士産業㈱）に供給し、混練して陰イオン性界面活性剤を中和する。その後、ゼオライトの一部（15%）を加えてハンマーミルにより粉碎し、更に残り（5%）を加えレディゲミキサーにより混合し、洗剤粉末を得た。

2) 粉末密度測定

JIS K-3362の方法によって測定

3) 粉末溶解性測定

ビーカーにイオン交換水1Lを10℃に保ち、洗剤0.83gを添加する。1分間静置した後、マグネットスターラーで緩やかに攪拌し、3分後洗剤液を目視判定する。

○ : ほぼ完全に溶けている

△ : 少し洗剤が残っている

× : かなり洗剤が残っている

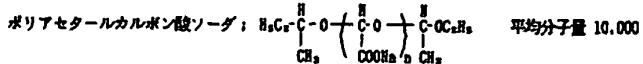
実験No.1～9の中で粉末溶解性を満足するのは本発明品のNo.2～4、No.7～8のみである。

実施例2

表2の配合組成の洗剤を製造し、粉末溶解性、洗浄力について比較検討した。結果を表2に併せて示した。

表 2

実験番号	10 (比較品)	11 (本発明品)	12 (比較品)	13 (本発明品)	14 (本発明品)	15 (比較品)	16 (本発明品)	17 (本発明品)	18 (本発明品)
LAS	30	20	10	15	15	15	20	20	20
AS	—	—	—	—	—	—	20	20	20
AES	30	20	10	—	—	—	—	—	—
AOS	—	—	—	15	15	15	—	—	—
ゼオライト	6	16	26	20	20	20	20	20	20
ソーダ灰	10	20	30	23	19	7	14	14	14
2号ケイ酸ソーダ	10	10	10	10	10	10	10	10	10
ポリアセタールカルボン酸ソーダ	4	4	4	3	3	3	6	6	6
ポリエチレングリコール	2	2	2	2	2	2	2	2	2
少量添加物	2	2	2	2	2	2	2	2	2
芒硝	0	0	0	4	8	20	0	0	0
揮発分	6	6	6	6	6	6	6	6	6
粉末嵩密度(g/cm ³)	0.81	0.79	0.76	0.75	0.71	0.79	0.73	1.21	1.51
粉末溶解性	×	○	○	○	○	○	○	○	△
洗浄力(洗浄率)	78%	76%	53%	72%	69%	58%	75%	75%	75%

(注) LAS: 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ(C₁₂~C₁₅)AS: アルキル硫酸ソーダ(C₁₂~C₁₅)AES: ポリオキシエチレンアルキル硫酸ソーダ(C₁₂~C₁₅ EO=1)AOS: α-オレフィンスルホン酸ソーダ(C₁₂~C₁₅)

ポリエチレングリコール; 平均分子量 6,000

以下洗剤製法及び粉末嵩密度、粉末溶解性、

り。

洗浄力の測定法について説明する。

(洗浄条件)

1) 洗剤製法

洗浄時間 10分

配合組成中のゼオライトの一部(5%)を除いたものを常法により噴霧乾燥した後、堅形攪拌造粒機を用い、噴霧乾燥生成物をゼオライトの一部と若干の水存在化に攪拌造粒することによって洗剤粉末を得た。

洗剤濃度 0.083%

表2の洗剤組成は最終洗剤組成として記載した。

水の硬度 4°DH

2) 粉末嵩密度測定

水温 20℃

実施例1の方法を用いた。

すすぎ 水道水にて5分間

3) 粉末溶解性の測定

(人工汚染布の油組成)

実施例1の方法を用いた。

綿実油 60%

4) 洗浄力の測定

コレスステロール 10

洗剤水溶液1ℓに10×10cmの人工汚染布12枚を入れ、浴比が1/60になるように同一サイズの汚染していない布を更に加えターゴトメーターにて100rpmで次の条件で洗浄した。

オレイン酸 10

洗浄条件及び人工汚染布の油組成は次の通

パルミチン酸 10

液体及び固体バラフィン 10

洗浄力は汚染(インジケーターとしてカーボンブラックを常用により混入)前の原布及び洗浄前後の汚染布の反射率を目記色彩計(島津製作所製)にて測定し次式によって洗浄率(%)を求めた(表には12枚の測定平均値を示す)。

$$\text{洗浄率} (\%) = \frac{\text{洗浄後の反射率} - \text{洗浄前の反射率}}{\text{原布の反射率} - \text{洗浄前の反射率}} \times 100$$

実験No10~18の中で粉末溶解性と洗浄力を満足するのは本発明品のNo11, No13~14, No16~18のみである。

実施例3

表3の配合組成の洗剤を製造し、粉末溶解性について比較検討した。結果を表3に併せて示した。

表 3

	実験No	19	20	21	22	23
LAS	25					
AS	10					
ゼオライト	20					
ソーダ灰	20					
メタケイ酸ソーダ	10	左と同じ	左と同じ	左と同じ	左と同じ	左と同じ
ポリアクリル酸ソーダ	3					
ポリエチレングリコール	2					
少量添加物	2					
芒硝	0					
履歴分	6					
粉末蓄密度(g/cm^3)	0.93	0.97	0.93	0.77	0.92	
粒径分布	2,000 μ 以上	0.3	0.3	0.5	6	13
(%)	2,000~125 μ	87.7	95.7	99.5	91	84
	125 μ 以下	12	3	1	3	3
粉末溶解性	Δ	$O \sim \Delta$	O	Δ	Δ	

(注) LAS:直鎖アルキルベンジンスルホン酸ソーダ($C_{11} \sim C_{13}$)

AS:アルキル硫酸ソーダ($C_{11} \sim C_{13}$)

ポリアクリル酸ソーダ:平均分子量 15,000

ポリエチレングリコール:平均分子量 10,000

以下洗剤製法及び粉末嵩密度、粉末溶解性の測定法について説明する。

1) 洗 剂 製 法

実施例1の方法で洗剤粉末を得た後、必要により振動ふるい機を用い表3の粒径分布に調製した。

2) 粉末嵩密度測定

実施例1の方法によって測定

3) 粉末溶解性測定

ピーカーにイオン交換水1Lを10℃に保ち、洗剤0.83gを添加し3分間静止した後、マグネットックスターで緩やかに攪拌し、3分後洗剤液を目視判定する。

○：ほぼ完全に溶けている

△：少し洗剤が残っている

×：かなり洗剤が残っている

出願人代理人 古 谷 駿